

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-303222

(43)Date of publication of application : 31.10.2001

(51)Int.Cl. C22F 1/08
C22C 9/00
// C22F 1/00

(21)Application number : 2000-126844

(71)Applicant : NIPPON MINING & METALS CO LTD

(22)Date of filing : 27.04.2000

(72)Inventor : YAMAMOTO MICHIHARU

(54) METHOD OF HEAT TREATMENT FOR TITANIUM-COPPER ALLOY AND TITANIUM-COPPER ALLOY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the homogeneity of a cold rolled and solution heat treated titanium-copper alloy containing 0.5-5.0 mass % titanium.

SOLUTION: In carrying out heating at ≥ 873 K ($\geq 600^{\circ}$ C) and then cooling, cooling rate while material temperature lies at least in the temperature region of 773 K (500° C) to 573 K (300° C) is made to ≥ 200 K (200° C)/s to regulate hardness dispersion to $\leq Hv$ 40.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-303222
(P2001-303222A)

(43) 公開日 平成13年10月31日 (2001. 10. 31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 2 2 F 1/08		C 2 2 F 1/08	Q B
C 2 2 C 9/00		C 2 2 C 9/00	
// C 2 2 F 1/00	6 0 2 6 3 0	C 2 2 F 1/00	6 0 2 6 3 0 A
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-126844(P2000-126844)

(22) 出願日 平成12年4月27日 (2000. 4. 27)

(71) 出願人 397027134

日鉱金属株式会社
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 山本 道晴

茨城県日立市白銀町1丁目1番2号 日鉱
金属株式会社技術開発センター内

(74) 代理人 100077528

弁理士 村井 卓雄

(54) 【発明の名称】 チタン銅合金素材及びチタン銅合金の熱処理方法

(57) 【要約】

【課題】 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、冷間圧延かつ溶体化処理調質のチタン銅合金素材の均質性を向上する。

【解決手段】 0873K(600℃)以上で加熱した後冷却するに際して、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることにより硬さ分散をHv40以下とする。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を873K(600℃)以上で加熱した後冷却するに際して、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることにより硬さ分散をHv40以下としたことを特徴とする冷間圧延かつ溶体化処理調質のチタン銅合金素材。

【請求項 2】 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を873K(600℃)以上の温度で熱間圧延し、773K(500℃)以上の温度で圧延仕上げし、次いで冷却する際に、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることにより硬さ分散をHv40以下としたことを特徴とする熱間圧延かつ溶体化処理調質のチタン銅合金素材。

【請求項 3】 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を溶体化処理及び時効処理する熱処理方法において、該溶体化処理に際して、チタン銅合金を873K(600℃)以上で加熱した後冷却するに際して、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることを特徴とするチタン銅合金の熱処理方法。

【請求項 4】 誘導加熱装置を使用して溶体化処理を行うことを特徴とする請求項 3 記載の銅合金の熱処理方法。

【請求項 5】 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を溶体化処理及び時効処理する熱処理方法において、チタン銅合金を873K(600℃)以上の温度で熱間圧延し、773K(500℃)以上の温度で圧延仕上げし、次いで冷却する際に、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上として溶体化処理を行うことを特徴とするチタン銅合金の熱処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、加工性に優れ、良好な材料特性を有するチタン銅合金展伸材に関するものであり、さらに、詳しく述べるならば、溶体化処理後の冷却時に生じるスピノーダル分解による材料硬化を起こさない均質な焼なまし素材に関する。また、本発明は、チタン銅合金の熱間圧延や均質化焼鈍及び溶体化処理などの熱処理に際して、材料の加熱及び冷却条件を規定することによって均質な焼なまし方法を提供するものであり、銅合金の熱処理の分野に広く利用される。

【0002】

【従来の技術】チタンを含んだ銅合金は、時効析出型の銅合金として材料特性の中でも特に強度及び応力緩和特性が優れているため、電子部品や端子・コネクタ部品の分野において広く使用されてきている。該銅合金は、溶解鑄造によって鑄塊を製造し、その後に熱間及び冷間加工、熱処理などの加工を施され、また一部の材料についてはめっき等の表面処理を施されて、所定の特性及び形状にした後に部品に加工される。該銅合金は、チタンを含んでおり過飽和からのCu₃Ti相への中間相生成によって時効硬化するものと考えられており、上記特性のほかに耐熱性が高力ベリリウム銅と比べて優れていることも特長である。

【0003】ところで、材料を熱処理する際には、その条件によって過飽和固溶体からの析出は核生成を必要としないスピノーダル分解が生じる。スピノーダル分解は、材料内部に存在する溶質濃度のゆらぎが生じると、系の自由エネルギーは過飽和固溶体としてのエネルギーよりも低く、相分解は自発的に進行して臨界核を形成しない。すなわち、材料内に一旦小さい濃度変動が生ずれば、次々に大きな濃度変動に変化していき最終的には2相に分離する。スピノーダル分解が起こると材料特性が大きく変化するが、この分解は急激に進行する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】チタン銅は、熱間圧延や溶体化処理を行った後の硬さは、一般にHv80~300の範囲にあり、組成及び冷却速度に大きく依存する。従来の熱間圧延や溶体化処理後のチタン銅では、急冷する時の温度や冷却速度のばらつきにより、局所的なスピノーダル分解が生じて、硬さや特性のばらつきが大きく品質が安定せず、その後の加工が不安定で不均一な特性を有する材料となっていた。例えば、条材を製造する際、熱処理条件によっては硬度のばらつきは、Hv100以上にもなり、最悪の場合は平均値の±50%程度にも及んでいた。この改善方法として、①熱間圧延の仕上げ温度や溶体化処理の最終材料温度を一定にする、②熱間圧延及び溶体化処理後の冷却条件を一定にするなどの様々の対策が考えられるが、スピノーダル分解の特徴からこれだけでは特性のばらつきを完全に解消したり、安定した品質を得ることが困難である。

【0005】本発明は、係る点に鑑みて為されたものであり、後加工が容易となる均質性に優れたチタン銅合金素材を提供するとともに、スピノーダル分解を阻止することができる熱処理方法を提供するものである。このような素材及び熱処理方法によれば、チタン銅合金の材料特性ばらつきが小さくなって品質が安定するため、時効処理後の硬度も一定し、その後の加工が容易になる。この結果、製品寸法精度が向上し、複雑な形状の製品の加工が可能になるなどの利点が生じる。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の要旨とするところは次の如くである。

(1) 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を873K(600℃)以上で加熱した後冷却するに際して、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることにより硬さ分散をHv40以下としたことを特徴とする冷間圧延かつ溶体化処理調質のチタン銅合金素材。

(2) 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を873K(600℃)以上の温度で熱間圧延し、773K(500℃)以上の温度で圧延仕上げし、次いで冷却し、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることにより硬さ分散をHv40以下としたことを特徴とする熱間圧延かつ溶体化処理調質のチタン銅合金素材。

(3) 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を溶体化処理及び時効処理する熱処理方法において、該溶体化処理に際して、チタン銅合金を873K(600℃)以上で加熱した後冷却するに際して、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上とすることを特徴とするチタン銅合金の熱処理方法。

(4) 0.5質量%以上5.0質量%未満のチタンを含み、残部実質的に銅及び不純物からなるチタン銅合金を溶体化処理及び時効処理する熱処理方法において、チタン銅合金を873K(600℃)以上の温度で熱間圧延し、773K(500℃)以上の温度で圧延仕上げし、次いで冷却し、材料温度が少なくとも773K(500℃)から573K(300℃)の温度区間内にあるときの冷却速度を200K(200℃)/秒以上として溶体化処理を行うことを特徴とするチタン銅合金の熱処理方法。

以下、本発明を詳しく説明する。
【0007】本発明に係るチタン銅は、基本成分として、チタンを0.5質量%以上5.0質量%未満含む。ここで、チタンの添加量が0.5質量%未満になると強度など優れた特性が得られず、5.0質量%以上になると材料が硬化して加工性の優れた材料が得られないためである。また、チタンの他に総量で1.0質量%以下のクロム、ジルコニウム、ニッケル、鉄などを添加した組成についても同様な効果が期待できる。これらの残部は銅及び不

可避不純物からなる。
【0008】本発明に係るチタン銅合金素材(1)、
(2)は硬さの分散がHv40以下、より好ましくはHv30以下である。硬さの分散とはJISなどで規定される試験片採取法及び硬さ測定法で測定した該素材の最

大硬さと最小硬さの差である。ここでチタン銅合金素材とは、段落0002で説明した工程で製造された熱間もしくは冷間圧延かつ溶体化処理状態であって、最終製品として加工を未だ受けていない状態の1個の材料、例えば1個(本)のコイル、条材、線材、板材等あるいは、これらを次工程の処理のために切断したロットである。従来は例えば平均硬さがHv=190、硬さ(Hv)の分散が60の素材が製造され、これを切断した加工用切り板(ワーク)の硬さはロット内でHv=230~170の範囲でばらつくから、均質な加工特性や平坦な形状を有する材料を得ることが非常に困難になっていた。これに対して本発明素材は硬さのばらつきが極めて小さく加工が容易になる。これは、溶体化処理組織中のTi濃度のゆらぎに起因する。続いて、このような組織を作り出すことができる熱処理方法について説明する。

【0009】チタン銅合金の加熱温度が、873K(600℃)未満の加熱であると、材料が再結晶化しないため、熱処理を施してもその効果が得られないために、チタン銅合金を873K(600℃)以上で加熱することとした。材料の加熱が終了し、冷却する際に急冷する温度範囲は少なくとも773K(500℃)~573K(300℃)の範囲である。急冷温度を773K(500℃)以上としたのは、通常の熱処理では連続設備を用いて行うが、種々の基礎試験の結果に特性のばらつきを引き起こすもっとも大きな要因は、加熱処理から冷却する時に水冷等の急冷を行う時の材料温度が重要であり、773K(500℃)以下で急冷しても既にスピノーダル分解が進んで局部的に特性のばらつきが生じるためである。従って、材料の加熱終了後は速やかに急冷することが必要となるが、通常の高圧加熱炉或いは電気抵抗加熱炉では、薄板及び条材を生産性を確保した上で効率的に処理することが困難であり、急熱急冷が可能な誘導加熱炉を用いて連続処理を行うのが効率的でかつ安定した特性を有する材料を得ることが可能となる。急冷する時の冷却速度を200K(200℃)/秒以上である。該銅合金の冷却速度が特性に与える影響は大きく、200K(200℃)/秒未満の冷却速度で冷却すると、スピノーダル分解が生じて材料が硬化し、その後の加工において加工性が著しく低下するためである。なお、この冷却速度は、材料の板厚や通板速度に依存するが、所定量的の水を用いて材料を冷却することによって十分に達成可能な速度である。また、材料温度が573K(300℃)未満になるまで該冷却速度で冷却するのは、材料温度が573K(300℃)以上で急冷を止めるとスピノーダル分解は発生して材料強度が高くなるためである。

【0010】

【作用】本発明によれば、チタンを含んだ銅合金を873K(600℃)以上で加熱した後冷却し、材料温度が773K(500℃)以上の時点で200K(200℃)/秒以上の冷却速度で573K(300℃)未満にな

るまで冷却すること、熱処理設備として誘導加熱炉を用いること、及び熱間圧延の際にも上記銅合金を873K(600℃)以上の温度で熱間圧延を行い、材料温度が773K(500℃)以上になった時点で200K(200℃)/秒以上の冷却速度で573K(300℃)未満になるまで冷却することにより、熱処理を施すとスピノーダル分解を起こして特性のばらつきを防止したり、後工程で加工が容易に出来るようにすることが可能となり、安定した品質の材料を歩留まりよく製造することが出来る。

【0011】

【実施例】供試材として用いたチタンを所定質量%含有した銅合金（以下「チタン銅」と呼ぶ）の成分を表1に

試験に用いたチタンを所定質量%含有した銅合金の成分

		成分 (wt%)	
		Ti	銅
1	チタン銅 ①	1.5	残
2	チタン銅 ②	3.0	残
3	チタン銅 ③	4.5	残
比較			
4	チタン銅 ④	0.4	残
5	チタン銅 ⑤	6.0	残

【0013】更に、1173K(900℃)で1時間溶体化処理をした後に、再度表面皮削りを行い、冷間圧延にて7.5mm厚から1.0mm厚にする。次に加熱・冷却速度を任意に変更でき、所定の熱処理条件で高温特性を調査するための試験装置であるグリーン試験装置を用いて所定の温度で5分間加熱した後、材料を種々の冷却条件で冷却した。圧延板の任意の5個所につき材料の硬さを測定した後、更に所定の厚さまで冷間圧延を施して、熱処理条件が特性及び材料の加工性に与える影響を評価した（試験②と呼ぶ）。なお、熱処理中の材料温度は接触式の熱電対を材料の熱処理部分に装着して試験中の材料温度を連続的に測定し、種々の冷却速度は水冷、汽水噴霧、空冷の水量、ガス流量を調整することによって行った。

【0014】表2（図1）は、供試材を熱間圧延で加工した後、種々の冷却条件で冷却した後の材料硬さを測定した、試験①の結果を示す。硬さはマイクロビッカース硬さ（荷重300g）で任意の5点測定して、硬さ及びその分散（ばらつき）を評価した。表中No. 16及び17は、硬さ分散は問題がないが、チタン含有量が0.5質量%未満であるため、この後冷間圧延、時効処理を行っても最終的要求特性である材料強度（Hv200以上）が得られなかった。

示す。所定の成分に配合されたチタン銅の鋳塊3.5kg(30mm×80mm×150mm)を真空溶解炉内で溶製し、押し湯部を切断した後に表面皮むきを行う。皮むきされた鋳塊は、大気中で1123K(850℃)で1時間均質化焼鈍を行った後に27mm厚から所定の厚さ（通常は8mm厚）まで熱間圧延を行う。圧延中は2色式輻射温度計で材料表面温度を測定し、所定の温度になったところで水冷した後、材料の硬さを測定した（試験①と呼ぶ）。材料の冷却速度を調節するために材料厚さ及び水冷時の水量を調整して行った。なお、冷却速度は、材料に熱電対を挿入し、予めその熱処理条件で処理を行って求めた。

【0012】

【表1】

【0015】表3（図2）には、冷間圧延にて1.0厚さとした供試材を所定の温度で5分加熱した後、種々の冷却条件で冷却して材料硬さを測定し、更に所定の厚さまで加工した時の加工性を、冷間加工圧延で加工度が70%以上に圧延してエッジの割れが発生するか否かにより、評価した試験②の結果を示す。本発明の熱処理法にて製造した鋳造材料は、特性のばらつきが軽微であり、また材料硬さが低いいためその後の加工性が優れているため、品質の安定した該銅合金を製造することが可能となった。

【0016】

【発明の効果】本発明によれば、特性のばらつきが軽微であり、また材料硬さが低いいためその後の加工性が優れているため、品質の安定した該銅合金を製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 銅合金を熱間圧延した後、所定の条件で冷却した時の材料硬さを示す図表（表2）である。

【図2】 供試材を溶体化処理した後の冷却条件を変えた時の材料硬さ、更に冷間加工した時の加工性の評価結果を示す図表（表3）である。

【図1】

表2 鉄鋼合金を熱間圧延した後、所定の条件で冷却した時の材料硬さ

		冷却開始 温度(℃)	急冷開始 温度(℃)	急冷時の冷 却速度(℃/ 秒)	急冷を終 了する時 の材料温 度(℃)	材料硬さの 評価結果 (Hv)
1	チタン鋼 ①	800	700	220	100	80~100
2	チタン鋼 ①	700	650	250	150	90~110
3	チタン鋼 ②	800	700	250	100	100~120
4	チタン鋼 ②	800	650	250	100	100~120
5	チタン鋼 ②	800	600	220	250	105~135
6	チタン鋼 ②	750	600	250	100	100~120
7	チタン鋼 ②	650	550	250	200	110~150
8	チタン鋼 ③	800	600	220	150	115~145
9	チタン鋼 ③	750	600	220	100	115~145
10	チタン鋼 ③	650	550	220	200	120~160
比較						
10	チタン鋼 ①	800	450	220	100	110~190
11	チタン鋼 ②	550	500	220	100	130~230
18	チタン鋼 ②	800	450	220	100	130~230
14	チタン鋼 ②	800	600	100	100	210~290
15	チタン鋼 ③	800	600	220	400	200~300
16	チタン鋼 ④	800	600	220	150	80~100
17	チタン鋼 ④	550	500	220	100	140~160
18	チタン鋼 ⑤	熱間圧延割れが発生				

【図2】

第3表 鉄鋼合金を熱間圧延した後、所定の条件で冷却した時の材料硬さ

		冷却開始 温度(℃)	急冷開始 温度(℃)	急冷時の冷 却速度 (℃/秒)	急冷を終 了する時 の材料温 度(℃)	材料硬さ結果(Hv)及 び下工程での加工性群 価	硬さ(Hv)	加工性
1	チタン鋼 ①	750	700	1000	50	80~100		良好
2	チタン鋼 ①	700	650	800	100	90~110		良好
3	チタン鋼 ②	800	700	1000	100	110~130		良好
4	チタン鋼 ②	800	650	1000	100	110~130		良好
5	チタン鋼 ②	800	600	1000	250	85~115		良好
6	チタン鋼 ②	750	600	800	100	100~120		良好
7	チタン鋼 ②	650	550	800	200	100~140		良好
8	チタン鋼 ③	800	600	800	150	115~145		良好
9	チタン鋼 ③	750	650	1000	100	115~145		良好
10	チタン鋼 ③	650	550	800	200	110~150		良好
比較								
10	チタン鋼 ①	800	450	1000	100	110~190		割れ発生
11	チタン鋼 ①	550	500	100	100	110~210		割れ発生
13	チタン鋼 ②	800	450	1000	100	150~210		割れ発生
14	チタン鋼 ②	800	550	100	100	200~260		割れ発生
15	チタン鋼 ②	800	600	300	400	200~280		割れ発生
16	チタン鋼 ③	800	600	220	400	200~300		割れ発生
17	チタン鋼 ③	700	450	1000	50	220~320		割れ発生
18	チタン鋼 ③	800	600	100	50	220~300		割れ発生

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

C 2 2 F 1/00

識別記号

6 3 0

6 6 1

6 8 3

6 8 4

6 9 2

6 9 4

F I

C 2 2 F 1/00

テマコード(参考)

6 3 0 K

6 6 1 A

6 8 3

6 8 4 A

6 9 2 A

6 9 2 B

6 9 4 B